

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-183582

(43)Date of publication of application : 03.07.2003

(51)Int.Cl.

C09D183/08

C08G 77/26

C09D 5/00

C09D183/07

(21)Application number : 2001-385918

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 19.12.2001

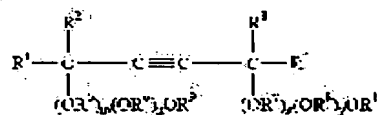
(72)Inventor : KUDO MUNEO  
YAMATANI MASAOKI

## (54) AQUEOUS COATING COMPOSITION

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an aqueous coating composition which has excellent storage stability and can form a uniform coating film without fine defects.

**SOLUTION:** The aqueous coating composition comprises (A) a water-soluble, amino group-containing organopolysiloxane, (B) water, and (C) a surface active agent to be represented by formula (1) (wherein R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, and R<sup>4</sup> are each independently a 1-8C alkyl group; R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, and R<sup>8</sup> are each independently, 1-6C alkylene group, and R<sup>5</sup> and R<sup>6</sup> are not the same, and R<sup>7</sup> and R<sup>8</sup> are not same; R<sup>9</sup> and R<sup>10</sup> are each independently a group to be selected from a hydrogen atom, a 1-6C alkyl group, and an acyl group; and m, n, x, and y are each a positive number of >0 to ≤40 and m+n+x+y is a positive number of >0 to ≤40).



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.06.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-183582

(P2003-183582A)

(43) 公開日 平成15年7月3日(2003.7.3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 9 D 183/08		C 0 9 D 183/08	4 J 0 3 5
C 0 8 G 77/26		C 0 8 G 77/26	4 J 0 3 8
C 0 9 D 5/00		C 0 9 D 5/00	Z
183/07		183/07	

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-385918(P2001-385918)

(22) 出願日 平成13年12月19日(2001.12.19)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 工藤 宗夫

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(74) 代理人 100079304

弁理士 小島 隆司 (外1名)

最終頁に続く

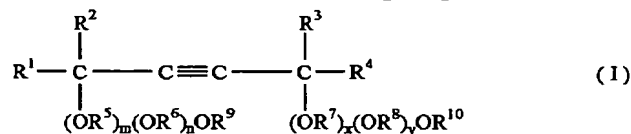
(54) 【発明の名称】 水性コーティング組成物

(57) 【要約】

【解決手段】 (A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリ

シロキサン、(B) 水及び (C) 下記一般式 (I)

【化1】



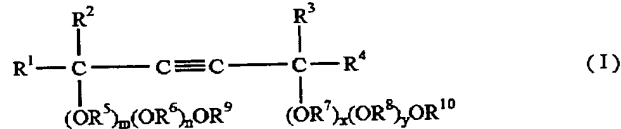
(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1~8のアルキル基であり、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1~6のアルキレン基であるが、R<sup>5</sup>とR<sup>6</sup>は同一でなく、R<sup>7</sup>とR<sup>8</sup>は同一でなく、R<sup>9</sup>、R<sup>10</sup>はそれぞれ独立に水素原子、炭素原子数1~6のアルキル基、アシル基から選ばれる基であり、m、n、x、yはそれぞれ0より大きく40以下の正数であ

り、m+n+x+yは0より大きく40以下の正数である。) で表される界面活性剤を含有してなる水性コーティング組成物。

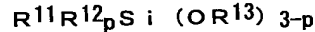
【効果】 本発明の水性コーティング組成物は、保存安定性に優れており、微細な欠陥のない均一な被膜が形成できる。

## 【特許請求の範囲】

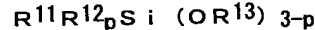
【請求項1】 (A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリ



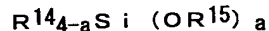
(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1～8のアルキル基であり、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1～6のアルキレン基であるが、R<sup>5</sup>とR<sup>6</sup>は同一でなく、R<sup>7</sup>とR<sup>8</sup>は同一でなく、R<sup>9</sup>、R<sup>10</sup>はそれぞれ独立に水素原子、炭素原子数1～6のアルキル基、アシル基から選ばれる基であり、m、



(式中、R<sup>11</sup>はアミノ基置換アルキル基であり、R<sup>12</sup>は炭素原子数1～8のアルキル基であり、R<sup>13</sup>は炭素原子数1～6のアルキル基であり、pは0～2の整数である。) で表されるアミノ基含有アルコキシシランの加水



(式中、R<sup>11</sup>、R<sup>12</sup>、R<sup>13</sup>及びpは上記と同様である。) で表されるアミノ基含有アルコキシシランと、下



(式中、R<sup>14</sup>は炭素原子数1～6のアルキル基、置換アルキル基、アリール基、及びビニル基から選ばれる基であり、R<sup>15</sup>は炭素原子数1～6のアルキル基であり、aは1～4の整数である。) で表されるアルコキシシランとの共加水分解縮合物であることを特徴とする請求項1記載の水性コーティング組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、界面活性剤を含んだ、微細な被膜欠陥が生じない、均一塗布性、保存安定性に優れたアミノ基含有オルガノポリシロキサン水性コーティング組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、揮発性有機化合物や、毒性等の低減に関する環境規制が厳しくなり、また、省資源の観点から、溶媒として有機溶剤を使用した系から水を使用した系への転換がなされている。アミノ基含有オルガノポリシロキサンは、アミノ基の極性効果により高濃度においても水溶化が可能である。このようなアミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液は、金属あるいは金属酸化物表面のプライマー、アクリル系ラテックスシーラントの添加剤、シリカ等の無機質充填剤表面のカップリング剤、水系塗料の結合剤として使用されている。更に、半導体素子製造プロセスにおける水系の有機ガラス膜形成

シロキサン、(B) 水及び (C) 下記一般式 (I)

## 【化1】

n、x、yはそれぞれ0より大きく40以下の正数であり、m+n+x+yは0より大きく40以下の正数である。) で表される界面活性剤を含有してなることを特徴とする水性コーティング組成物。

【請求項2】 (A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサンが、下記一般式 (II)

## (II)

分解縮合物であることを特徴とする請求項1記載の水性コーティング組成物。

【請求項3】 (A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサンが、下記一般式 (III)

## (III)

記一般式 (III)

## (III)

用材料として使用される。

【0003】 しかし、アミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液は表面張力が高いため、金属、金属酸化物、有機質被膜等の表面、特に平板状表面に塗布した場合には、はじき現象が起こり、均一な被膜が得られないという欠点がある。

【0004】 これを改善するためには界面活性剤を添加する方法がある。しかし、アミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液はアミノ基に由来する強アルカリ性のため、経時で界面活性剤の分解が生じて効果が持続しないという欠点がある。また、界面活性剤の効果が持続したとしてもクレター、クラック等の微細な被膜欠陥が生じるという欠点がある。

## 【0005】

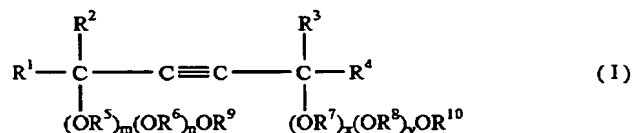
【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、界面活性剤を含んだ、微細な被膜欠陥が生じない、均一塗布性、保存安定性に優れた水性コーティング組成物を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、前記の目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、(A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサン、(B) 水及び

(C) 下記一般式 (I)

## 【化2】

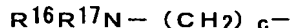


(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$ はそれぞれ独立に炭素原子数1～8のアルキル基であり、 $\text{R}^5$ 、 $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ はそれぞれ独立に炭素原子数1～6のアルキレン基であるが、 $\text{R}^5$ と $\text{R}^6$ は同一でなく、 $\text{R}^7$ と $\text{R}^8$ は同一でなく、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{10}$ はそれぞれ独立に水素原子、炭素原子数1～6のアルキル基、アシル基から選ばれる基であり、 $m$ 、 $n$ 、 $x$ 、 $y$ はそれぞれ0より大きく40以下の正数であり、 $m+n+x+y$ は0より大きく40以下の正数である。)で表される界面活性剤を含有することにより、微細な被膜欠陥が生じない、均一塗布性、保存安定性に優れた水性コーティング組成物が得られることを見出した。

【0007】従って、本発明は、(A) 水溶性アミノ基



(式中、 $\text{R}^{11}$ はアミノ基置換アルキル基であり、 $\text{R}^{12}$ は炭素原子数1～8のアルキル基であり、 $\text{R}^{13}$ は炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $p$ は0～2の整数である。)



(式中、 $\text{R}^{16}$ は水素原子、フェニル基、炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $\text{R}^{17}$ は炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $c$ は1～12の整数である。)

(式中、 $\text{R}^{18}$ 、 $\text{R}^{19}$ はそれぞれ独立に水素原子又は炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $b$ は1～12の整数である。)で表される基から選ばれる基であり、 $\text{R}^{17}$ は水素原子又は炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $c$ は1～12の整数である。]

【0011】ここで、上記一般式(I I)において、 $\text{R}^{11}$ としては、例えば、 $\gamma$ -アミノプロピル基、 $\text{N}-(\beta$ -アミノエチル)- $\gamma$ -アミノプロピル基、 $\text{N}$ -シクロヘキシル- $\gamma$ -アミノプロピル基、 $\gamma$ -アニリノプロピル基等が挙げられる。 $\text{R}^{12}$ で示されるアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、 $n$ -ブチル基、イソブチル基、 $sec$ -ブチル基、 $t$ -ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基等が挙げられる。 $\text{R}^{13}$ で示されるアルキル基



(式中、 $\text{R}^{14}$ は炭素原子数1～6のアルキル基、置換アルキル基、アリール基、及びビニル基から選ばれる基であり、 $\text{R}^{15}$ は炭素原子数1～6のアルキル基であり、 $a$ は1～4の整数である。)

【0014】一般式(I I I)において、 $\text{R}^{14}$ で示されるアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられ、置換アルキル基としては、例えば、クロロメチル基、クロロプロピル基、トリフロロプロピル基等のハロゲン置換アルキル基が挙げられ、ア

含有オルガノポリシロキサン、(B) 水及び(C) 上記一般式(I)で表される界面活性剤を含有してなることを特徴とする水性コーティング組成物を提供する。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明について、更に詳細に説明する。本発明に用いられる(A) 水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサンは、水溶性、塗膜形成性を有していればその構造に特に限定はなく、その用途、目的、所望の特性等によってその組成は選択される。

【0009】上記水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサン(A)の好ましい例としては、下記一般式(I I)で表されるアミノ基含有アルコキシシランの加水分解縮合物が挙げられる。



【0010】一般式(I I)において、 $\text{R}^{11}$ で示されるアミノ基置換アルキル基は、下記一般式(I V)で表される基であることが好ましい。



6のアルキル基及び下記一般式(V)



としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられる。

【0012】上記一般式(I V)において、 $\text{R}^{16}$ 及び $\text{R}^{17}$ で示されるアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられ、一般式(V)において、 $\text{R}^{18}$ 及び $\text{R}^{19}$ で示されるアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられる。

【0013】上記水溶性アミノ基含有オルガノポリシロキサンの他の好ましい例としては、上記一般式(I I)で表されるアミノ基含有アルコキシシランと、下記一般式(I I I)で表されるアルコキシシランとの共加水分解縮合物が挙げられる。



リール基としては、フェニル基が挙げられる。 $\text{R}^{15}$ で示されるアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられる。

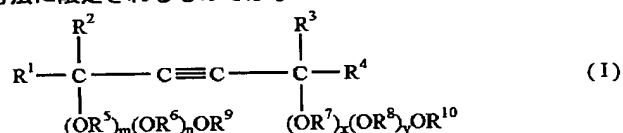
【0015】本発明において、アミノ基含有オルガノポリシロキサンは、一般式(I I)で表されるアミノ基含有アルコキシシラン、あるいは一般式(I I)で表されるアミノ基含有アルコキシシランと一般式(I I I)で表されるアルコキシシランの混合物などを水の存在下で加水分解及び縮合反応させることによって得られる。

【0016】ここで、一般式(11)で表されるアミノ基含有アルコキシシランと一般式(111)で表されるアルコキシシランの混合割合としては、前者100重量部に対し、後者は、3～100重量部、好ましくは5～50重量部が好適である。なお、後者が前記範囲より多いと得られる共加水分解縮合物が安定に水に溶解もしくは分散しないため、貯蔵安定性が悪くなるおそれがあり、逆に少ないと得られる被膜の耐水性等が悪くなるおそれがあるので、好ましくない。

【0017】加水分解に用いる水の量は、加水分解性官能基1モル当たり0.5モル以上、好ましくは1モル以上となる量が適当である。水の量が少ないと加水分解性官能基を全量加水分解することができず、水希釈後、経時でアルコールを生成してしまうおそれがある。

【0018】なお、加水分解縮合反応の際、ゲル化を防止するためにアルコールを溶媒として水と共存させておいてもよい。このアルコールとしては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール等が挙げられる。

【0019】加水分解縮合反応は、通常、40～80℃、好ましくは45～70℃で、1～5時間反応させる方法が好適であるが、この方法に限定されるものではない。



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1～8のアルキル基であり、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>はそれぞれ独立に炭素原子数1～6のアルキレン基であるが、R<sup>5</sup>とR<sup>6</sup>は同一でなく、R<sup>7</sup>とR<sup>8</sup>は同一でなく、R<sup>9</sup>、R<sup>10</sup>はそれぞれ独立に水素原子、炭素原子数1～6のアルキル基、アシル基から選ばれる基であり、m、n、x、yはそれぞれ0より大きく40以下の正数であり、m+n+x+yは0より大きく40以下の正数である。)

【0023】一般式(1)において、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>で示されるアルキル基としては、直鎖でも分岐したものでもよく、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基等が挙げられ、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>のアルキレン基としては、例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基等が挙げられ、特にエチレン基、プロピレン基が好ましい。R<sup>9</sup>、R<sup>10</sup>のアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられ、アシル基としてはアセチル基等が挙げられる。

【0024】一般式(1)で示される界面活性剤の具体例としては、例えばR<sup>1</sup>及びR<sup>4</sup>がイソブチル基、R<sup>2</sup>及

い。

【0020】このようにして得られたアミノ基含有オルガノポリシロキサンは、前述の加水分解縮合反応によりアルコールが生成すること、及び溶媒としてアルコールを使用することにより、アルコールが溶液に残る。そのため溶媒中のアルコールは留去することによって除去することが好ましく、特に、残存するアルコールが基材を溶解する、あるいは均一塗布性が劣化する等の問題がある場合、アルコール分を留去したものを使用することが好ましい。

【0021】本発明の水性コーティング組成物を得るためには、(B)水を配合するものであるが、この配合割合としては、上記のようにして得られたアルコール除去後のアミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液に、希釈用水を最終的に得られる溶液の固形分が5～60重量%、好ましくは10～40重量%になるように調整して添加すればよい。

【0022】本発明に用いられる(C)界面活性剤は、下記一般式(1)で表されるアセチレンジオールのアレンオキシド付加体からなる化合物である。

【化3】

びR<sup>3</sup>がメチル基、R<sup>5</sup>及びR<sup>7</sup>がエチレン基、R<sup>6</sup>及びR<sup>8</sup>がプロピレン基、R<sup>9</sup>及びR<sup>10</sup>が水素原子、(m+x)/(n+y)=3/1、m+n+x+y=3.5である日信化学工業(株)製サーフィノール2502が挙げられる。

【0025】本発明に用いられる界面活性剤は、アミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液の強アルカリによって経時で変化することがなく、アミノ基含有オルガノポリシロキサン水溶液に添加した場合、被膜欠陥のない、均一塗布性、保存安定性に優れた水性コーティング組成物を与える。また、特に微細な被膜欠陥が生じない点でも優れた水性コーティング組成物を与えるものである。

【0026】界面活性剤の添加量は、(A)～(C)成分の合計量の0.01～5重量%が好ましく、0.05～0.2重量%がより好ましい。添加量が0.01重量%より少ないと表面張力が十分に低下せず、塗膜が均一にならない場合がある。添加量が5重量%より多くても添加効果は向上しない場合があり、また、経済的に不利である。また、目的とする特性を損なわない範囲であれば他の界面活性剤を併用してもよい。

【0027】本発明の水性コーティング組成物は、上述した(A)、(B)及び(C)成分を常法に準じて混合

することにより得ることができる。このとき、水性コーティング組成物中に含有されるアルコール量は、10重量%以下が好ましく、3重量%以下がより好ましい。これが10重量%より多いと、環境への問題が生じたり、有機樹脂からなる被塗布物を溶解、膨潤等により侵してしまったり、均一塗布性を悪化させたりするおそれがある。

【0028】本発明の水性コーティング組成物は、被塗布物表面に刷毛や、スプレー、ロール、ディッピング、スピコートなどの塗装手段により塗装し、常温もしくは300℃以下の温度で焼付けることにより硬化塗膜を形成することが可能である。

【0029】なお、被塗布物としては、無機窯業基材や、ステンレス、アルミニウム等の各種金属基材、ガラス基材、プラスチック基材、半導体素子用の金属、金属酸化物及び有機樹脂基材などの各種被塗布物に適用可能である。

【0030】

【発明の効果】本発明の水性コーティング組成物は、保存安定性に優れており、また、金属あるいは金属酸化物表面のプライマー、半導体素子製造プロセスにおける水系の有機ガラス膜形成用材料等として平板状表面に塗布した場合、微細な欠陥のない均一な被膜が形成できる。

【0031】

【実施例】以下に実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0032】【実施例1】

【アミノ基含有オルガノポリシロキサン(a)の合成】  
攪拌機、還流冷却器、温度計を備えた1リットルのガラス製反応器に水456gを入れ、攪拌下でγ-アミノプロピルトリエトキシシラン252g(1.14モル)を投入した。発熱が穏やかになってから60～70℃に加熱し、1時間保持した。反応器にエステルアダプターを取り付け、内温が100℃になるまで生成したアルコール及び水を留去し、淡黄色液体347g(固形分36.3%)を得た。

【0033】【水性コーティング組成物の調製】上記淡黄色液体81gに水213g及び界面活性剤サーフィノール2502(日信化学工業(株)製)0.0735g(0.025wt%)を加えて水性コーティング組成物301.4g(固形分10%)を得た。なお、この水性コーティング組成物中のアルコール分は、検出されなかった。

【0034】【評価】上記水性コーティング組成物の表面張力をCBVP式表面張力計A-3(協和界面科学(株)製)を用いて測定した。結果を表1に示した。上記水性コーティング組成物4ccを6インチポリッシュシリコンウエハー上に落とし、スピコート1H-360S(ミカサ製)で2500rpm、60秒間の条件

で塗布した後、100℃、5分間焼き付けを行った。このときの膜厚は、200nmであった。また、外観を目視で観察し、スジ、点、ムラがないものを「○」、スジ、点、ムラが10個未満のものを「△」、スジ、点、ムラが10個以上あるものを「×」として評価した。更に、表面状態を原子間力顕微鏡Nanopics1000(セイコーインスツルメンツ(株)製)を用いて測定し、クレーターの有無を確認した。結果を表1及び図1に示した。また、上記水性コーティング組成物を50℃、3日間保存した後、上記と同様の評価を行った。結果を表1に示した。

【0035】【実施例2】水性コーティング組成物の調製の際、界面活性剤サーフィノール2502(日信化学工業(株)製)の添加量を0.147g(0.05wt%)に変えた以外は、実施例1と同様にして水性コーティング組成物を得た。これを用いて実施例1と同様に評価した。結果を表1に示す。

【0036】【実施例3】

【アミノ基含有オルガノポリシロキサン(b)の合成】  
攪拌機、還流冷却器、温度計を備えた1リットルのガラス製反応器に水288g及びメタノール288gを入れ、攪拌下でγ-アミノプロピルトリエトキシシラン8.2g(0.399モル)及びメチルトリメトキシシラン23.3g(0.171モル)の混合物を10分かけて滴下した。滴下終了後、発熱が穏やかになってから60～70℃に加熱し、1時間保持した。反応器にエステルアダプターを取り付け、内温が99℃になるまでアルコール及び水を留去した。その後、水37gを加えて微黄色液体240g(固形分25.4%)を得た。

【0037】これを用いて実施例1と同様に固形分10%の水性コーティング組成物を調製し、評価した。結果を表1に示す。なお、この水性コーティング組成物中のアルコール分は、0.6%であった。

【0038】【実施例4】

【アミノ基含有オルガノポリシロキサン(c)の合成】  
攪拌機、還流冷却器、温度計を備えた1リットルのガラス製反応器に水288gを入れ、攪拌下でγ-アミノプロピルトリエトキシシラン126g(0.57モル)及びジメチルジメトキシシラン3.4g(0.0285モル)の混合物を投入した。発熱が穏やかになってから60～70℃に加熱し、1時間保持した。反応器にエステルアダプターを取り付け、内温が100℃になるまでアルコール及び水を留去し、微黄色液体198g(固形分36.4%)を得た。

【0039】これを用いて実施例1と同様に固形分10%の水性コーティング組成物を調製し、評価した。結果を表1に示す。なお、この水性コーティング組成物中のアルコール分は、検出されなかった。

【0040】【実施例5】

【アミノ基含有オルガノポリシロキサン(d)の合成】

攪拌機、還流冷却器、温度計を備えた1リットルのガラス製反応器に水288g及びメタノール288gを入れ、攪拌下でN-β（アミノエチル）γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン82.2g（0.399モル）及びメチルトリメトキシシラン23.3g（0.171モル）の混合物を滴下した。発熱が穏やかになってから60～70℃に加熱し、1時間保持した。反応器にエステルアダプターを取り付け、内温が100℃になるまでアルコール及び水を留去した。その後、水50gを加えて淡黄色液体287g（固形分22.3%）を得た。

【0041】これを用いて実施例1と同様に固形分10%の水性コーティング組成物を調製し、評価した。結果を表1に示す。なお、この水性コーティング組成物中のアルコール分は、検出されなかった。

【0042】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
アミノ基含有物 <sup>*</sup> ノボリシラン	a	a	b	c	d
界面活性剤	サーフィノール 2502	サーフィノール 2502	サーフィノール 2502	サーフィノール 2502	サーフィノール 2502
界面活性剤量 (wt%)	0.025	0.05	0.025	0.025	0.025
表面張力 (dyne/cm)	36.3	33.5	37.8	36.5	36.9
塗布外観	○	○	○	○	○
クレーター	なし	なし	なし	なし	なし
塗布外観*	○	○	○	○	○
クレーター*	なし	なし	なし	なし	なし

\* 50℃、3日間保存した後のコーティング液を塗布

【0043】【比較例1】水性コーティング組成物の調製の際、界面活性剤サーフィノール2502（日信化学工業（株）製）を添加しないこと以外は、実施例1と同様にして水性コーティング組成物を得た。これを用いて実施例1と同様に評価した。結果を表2、及び図2に示す。

【0044】【比較例2～14】水性コーティング組成物の調製の際、界面活性剤サーフィノール2502（日

信化学工業（株）製）を下記の界面活性剤A～Mに変えた以外は、実施例1と同様にして水性コーティング組成物を得た。これを用いて実施例1と同様に評価した。結果を表2及び3に示す。

【0045】界面活性剤A：サーフィノール465（日信化学工業（株）製：アセチレンジオールへのエチレンオキサイド付加物）

界面活性剤B：サーフィノール485（日信化学工業（株）製：アセチレンジオールへのエチレンオキサイド付加物）

界面活性剤C：サーフィノール82W（日信化学工業（株）製：3,6-ジメチル-4-オクテン-3,6-ジオール）

界面活性剤D：サーフィノール61（日信化学工業（株）製：3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール）

界面活性剤E：オルフィンA（日信化学工業（株）製：2,5-ジメチルヘキサン-2,5-ジオール）

界面活性剤F：オルフィンB（日信化学工業（株）製：3-メチル-1-ブチン-3-オール）

界面活性剤G：オルフィンP（日信化学工業（株）製：3-メチル-1-ペンチン-3-オール）

界面活性剤H：オルフィンY（日信化学工業（株）製：2,5-ジメチル-3-ヘキシン-2,5-ジオール）

界面活性剤I：MEGA FAC F-160（大日本インキ（株）製：パーフロロアルキルアミノスルホン酸塩）

界面活性剤J：サーフロンS-131（旭硝子（株）製：パーフロロアルキルベタイン）

界面活性剤K：サーフロンS-141（旭硝子（株）製：パーフロロアルキルアミノオキサイド）

界面活性剤L：アミート105（花王（株）製：ポリオキシエチレンアルキルアミン）

界面活性剤M：アミート320（花王（株）製：ポリオキシエチレンステアリアルアミノエーテル）

【0046】

【表2】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7	比較例 8
アミノ基含有物 <sup>*</sup> ノボリシラン	a	a	a	a	a	a	a	a
界面活性剤	-	A	B	C	D	E	F	G
界面活性剤量 (wt%)	0	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
表面張力 (dyne/cm)	64.4	-	-	-	-	-	-	-
塗布外観	×	○	○	×	×	×	△	△
クレーター	なし	有り	有り	なし	なし	なし	なし	なし
塗布外観*	×	×	×	×	×	×	△	△
クレーター*	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし

\* 50℃、3日間保存した後のコーティング液を塗布

【0047】



【表3】

	比較例 9	比較例 10	比較例 11	比較例 12	比較例 13	比較例 14
アミノ基含有ポリ シロキサン	a	a	a	a	a	a
界面活性剤	H	I	J	K	L	M
界面活性剤量 (wt%)	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
表面張力 (dyne/cm)	-	-	-	-	-	-
塗布外観	×	×	△	×	△	△
クレーター	なし	なし	なし	なし	有り	有り
塗布外観*	×	×	×	×	△	△
クレーター*	なし	なし	なし	なし	有り	有り

\* 50℃、3日間保存した後のコーティング液を塗布  
【0048】〔比較例15～25〕水性コーティング組成物の調製の際、界面活性剤サーフィノール2502（日信化学工業（株）製）を下記の界面活性剤に変えた以外は、実施例1と同様にして水性コーティング組成物を得た。しかし、下記の界面活性剤の場合、コーティング組成物に白濁、浮き等の混合不良が見られ、評価に至らなかった。

【0049】サーフィノール104PA（日信化学工業（株）製：2、4、7、9-テトラメチル-5-デシン-4、7-ジオール）

サーフィノール504（日信化学工業（株）製：アセチレンジオール系）

サーフィノールDF-110D（日信化学工業（株）製：アセチレンジオール系）

サーフィノールSE-F（日信化学工業（株）製：アセチレンジオール系）

サーフィノールPSA-204（日信化学工業（株）製：アセチレンジオール系）

ダイノール604（日信化学工業（株）製：アセチレンジオール系）

アンヒトール86B（花王（株）製：ステアリルベタイン）

MEGAFAC F-120（大日本インキ（株）製：パーフロロアルキルカルボン酸塩）

フタージェントFT-400（（株）ネオス製：パーフロロアルケニロキシアルキルベタイン）

フローラードFC-93（住友スリーエム（株）製：パーフロロアルキルスルホン酸アンモニウム塩）

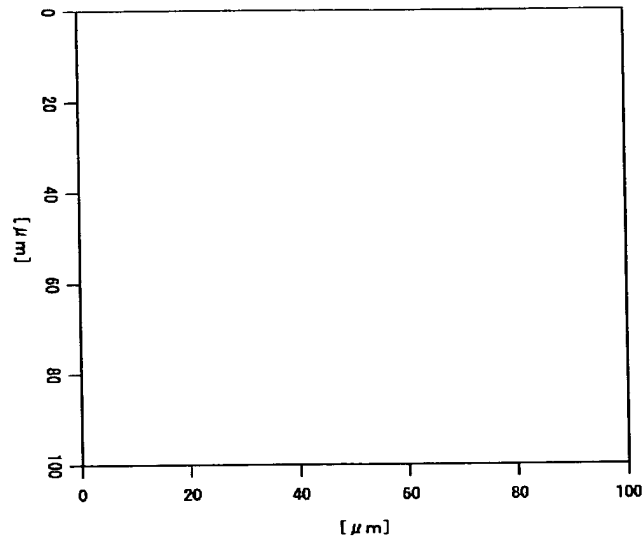
サーフロンS-111（旭硝子（株）製：パーフロロアルキルカルボン酸塩）

#### 【図面の簡単な説明】

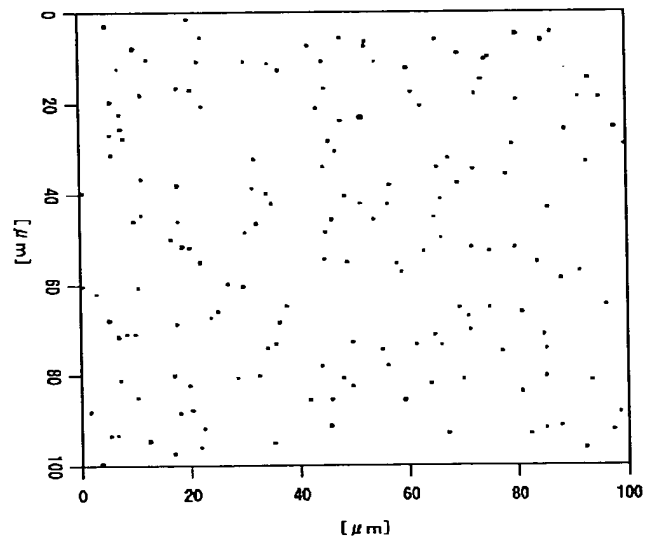
【図1】本発明の実施例1における水性コーティング組成物をシリコンウェハー上に塗布した表面状態の顕微鏡写真である。

【図2】比較例1における水性コーティング組成物をシリコンウェハー上に塗布した表面状態の顕微鏡写真である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72) 発明者 山谷 正明  
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内

Fターム(参考) 4J035 BA04 BA12 BA14 BA16 CA061  
CA142 CA19K CA191 EA01  
LA03 LA08 LB01  
4J038 DL081 DL111 KA09 NA24  
NA26